

SAMPLE FOR TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE AND ITS PREPARATION

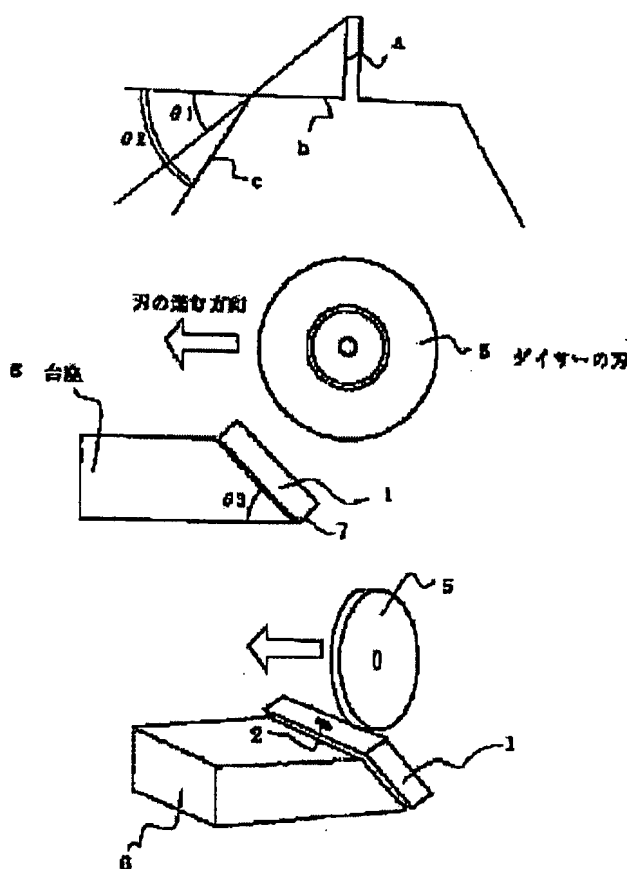
Patent number: JP8261898
Publication date: 1996-10-11
Inventor: MATSUMOTO CHIKA
Applicant: NIPPON ELECTRIC CO
Classification:
- International: G01N1/32; H01J37/20; H01J37/31
- european:
Application number: JP19950086132 19950317
Priority number(s): JP19950086132 19950317

Report a data error here

Abstract of JP8261898

PURPOSE: To reduce the restriction of a sample inclined angle at the time of observation by manufacturing one or more wall faces parallel with an electron beam transmission face of an observation part out of the wall faces of a part for supporting the observation part of a transmission electron microscope(TEM) into a fixed inclined angle to the electron beam transmission face.

CONSTITUTION: A sample 1 is prepared by a dicer 5 into a size which can be mounted on TEM including an observation part 2. θ_1 to establish an $\theta_1 = a/b$ by setting (a) of height of an observation face, and (b) of length of a support face, and θ_2 between a dicer manufactured inclination face and the support face are defined. A base 6 is ground so that its inclination angle may be $\theta_3 = 90 - \theta_2$, and the sample 1 is inclined by a wax 7 and fixed. Next, the sample 1 is cut by the dicer 5 sideways. Finally, the wax is washed out, the sample 1 is stood, and the observation part 2 is thinned to the thickness capable of TEM observation by a focusing ion-beam. Thereby restriction is lessened on the inclination angle of the sample 1 at the time of observation.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

特開平8-261898

(43) 公開日 平成8年(1996)10月11日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 1/32			G 0 1 N 1/32	B
H 0 1 J 37/20			H 0 1 J 37/20	F
37/31		9508-2G	37/31	

審査請求 有 請求項の数 5 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-86132

(22) 出願日 平成7年(1995)3月17日

(71) 出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(72) 発明者 松本 千佳

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

(74) 代理人 弁理士 加藤 朝道

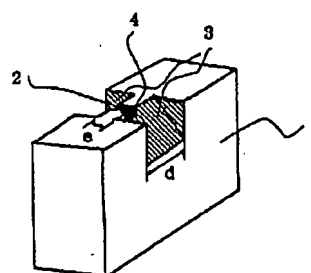
(54) 【発明の名称】 透過電子顕微鏡用試料及びその作製方法

(57) 【要約】

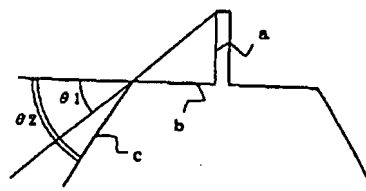
【目的】 観察時のサンプルの傾斜角度に対する制限を低減し、サンプルを取り扱う際に壊れにくく、さらに複数箇所の観察を可能とする透過電子顕微鏡用のサンプル及びその作製方法の提供。

【構成】 ダイサーでサンプルを電子顕微鏡の鏡体内に装着できる大きさに切り出した後、サンプルを斜めに研磨した台座にワックスで固定して傾斜させた状態でサンプルに対して長手方向に直交する方向からダイサーにより切削する工程をサンプル両端面から施し、最後にF I Bで観察特定箇所をT E Mで観察可能な程度に薄膜化してサンプルを形成する。

(A)



(B)



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 観察箇所が集束イオンビーム（FIB）で形成される透過型電子顕微鏡（TEM）の観察試料の製法において、

前記観察箇所を支持する部分の壁面のうち、前記観察箇所の電子線が透過する面と平行な壁面の少なくとも一が、前記観察箇所の周辺で前記電子線が透過する面に対して所定の傾きを有するように加工することを特徴とする透過電子顕微鏡用試料の作製方法。

【請求項2】 前記観察箇所の支持面に平行な線と前記壁面のなす角度が、観察面の高さを前記支持面の長さで除した値を正接とする角度よりも大きな角度を持つように前記壁面を形成することを特徴とする請求項1記載の透過電子顕微鏡用試料の作製方法。

【請求項3】 前記傾斜面を形成する際に前記観察試料を所定の傾斜面を有する台座に装着し、回転外周刃（ダイサー）加工で作製することを特徴とする請求項1記載の透過電子顕微鏡用試料の作製方法。

【請求項4】 観察箇所が集束イオンビーム（FIB）で形成される透過型電子顕微鏡（TEM）の観察試料の製法において、

(a) 前記観察試料の一侧を所定の傾斜面を有する台座に装着し前記観察試料の他側端面の側縁部を含む領域を長手方向に直交する方向に所定長さで除去する工程と、

(b) 前記観察試料の前記他側を前記台座に装着し前記観察試料の前記一侧端面の側縁部を含む領域を長手方向に直交する方向に所定長さで且つ前記観察試料の観察箇所の長手方向に直交する幅が所定寸法となるように除去する工程と、

(c) 前記観察試料の観察箇所を集束イオンビーム（FIB）加工して薄膜化する工程と、を含むことを特徴とする透過電子顕微鏡用試料の作製方法。

【請求項5】 試料の一端面上の所定の観察箇所を含む所定領域を残し前記観察箇所を含む所定領域の少なくとも一側を前記試料の長手方向に前記観察箇所の長さに対応して面取りされ、その後前記観察箇所を含む領域がFIB加工されてなることを特徴とする透過電子顕微鏡用の試料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、透過型電子顕微鏡（TEM）のサンプル作製法に関し、特にFIB（Focussed Ion Beam；集束イオンビーム）とダイサーを用いて所定箇所を観察するためのサンプル及びその作製方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 図5（A）～図5（C）に透過型電子顕微鏡のサンプル作製の従来の加工法を説明する図を示す。

2

【0003】 ダイサーでサンプルを透過型電子顕微鏡の鏡体内に装着できる大きさ、例えば約0.2mm×2mm×0.5mm（サンプルがウェハの場合はウェハの厚さ）に切り出し、次に図5（B）に示すように観察箇所2が含まれるように上面を次工程のFIB加工時間を短縮するためにできる限り薄くなるように残し、図5（C）に示すようにサンプル1の両側縁部を長手方向にダイサー5で加工してサンプル1の長手方向に直交する断面が凸型形状となるようにする。

【0004】 最後に図5（A）、図5（B）に示すように、観察箇所2をFIBを用いて透過型電子顕微鏡で観察が可能な程度に薄膜化する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、この従来の方法においては、透過型電子顕微鏡（TEM）観察の際にサンプルを装置内で傾斜させた場合、サンプル1の凸型加工の角の部分によって電子線が遮られ観察できない。このためTEM観察時のサンプルの傾斜角度に制限があった。

【0006】 また、従来の方法においては、サンプル1の上部全体を薄膜化しているため、サンプル1を壊す恐れがあり、さらに一サンプル1箇所または長手方向同一線上（凸型に残した上部内）でなければ複数箇所を観察できないという問題がある。

【0007】 従って、本発明は上記問題点を解消し、観察時のサンプルの傾斜角度に対する制限を低減し、サンプルを取り扱う際に壊れにくく、さらに複数箇所の観察を可能とするサンプル及びその作製方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 前記目的を達成するため、本発明は、観察箇所が集束イオンビーム（FIB）で形成される透過型電子顕微鏡（TEM）の観察試料の製法において、前記観察箇所を支持する部分の壁面のうち、前記観察箇所の電子線が透過する面と平行な壁面の少なくとも一が、前記観察箇所の周辺で前記電子線が透過する面に対して所定の傾きを有するように加工することを特徴とする透過電子顕微鏡試料の作製方法を提供する。

【0009】 本発明の作製方法においては、好ましくは、支持面に平行な線と前記壁面のなす角度が、観察面の高さとの前記支持面の長さを除した値を正接とする角度よりも大きな角度を持つように壁面を形成することを特徴とする。

【0010】 本発明の作製方法においては、好ましくは、前記傾斜面を形成する際に前記観察試料を所定の傾斜面を有する台座に装着し、回転外周刃（ダイサー）加工で作製することを特徴とする。

【0011】 本発明は、試料の一端面上の所定の観察箇所を残し前記観察箇所の少なくとも一側を前記試料の長

手方向に前記観察箇所の長さに対応して面取りしてなることを特徴とする透過電子顕微鏡用試料を提供する。

【0012】

【作用】本発明によれば、ダイサーでサンプルを電子顕微鏡の鏡体内に装着できる大きさに切り出した後、サンプルを斜めに研磨した台座にワックスで固定して傾斜させた状態でサンプルに対して横手方向からダイサーにより切削する工程を好ましくは両面から施し、最後にFIBで観察特定箇所をTEMで観察可能な程度に薄膜化してサンプルを形成することにより、TEM観察においてサンプルを装置内で傾斜させた際に、前記従来例のようにサンプルの凸型加工の角の部分によって電子線が遮られることはなく、観察時のサンプルの傾斜角度の制限を少なくしている。また、サンプルを取り扱う際、前記従来例のように上部が全体的に薄い構成とされないため壊れにくい。さらに、本発明によれば、長手方向同一線上に存在しない複数の観察箇所の観察が可能とされる。

【0013】

*

$$\tan \theta 1 = \text{観察面の高さ(a)} / \text{支持面の長さ(b)} \quad \dots (1)$$

【0019】また、角度 $\theta 2$ をダイサー加工傾斜面(c)を立て、観察箇所2をFIBによってTEM観察が可能な程度の厚さに薄膜化する。

【0020】本実施例として、a、b、それぞれの長さがa:b = 1:√3 のとき、 $\theta 1 = 30^\circ$ であり、 $\theta 2$ が $\theta 1 < \theta 2$ を満足する角度を持つような傾斜を作製するものとする。

【0021】次に台座6について説明する。図2(A)を参照してサンプル1を安定した状態で傾斜をつけて切削するために台座6を用いワックスでサンプル1を固定する。台座6は1辺に傾斜角 $\theta 3$ である面を有することを特徴とする。

【0022】本実施例では、台座6としてサンプル1(ウェハ)と同素材であり加工し易いシリコンウェハを用いた。また、台座6の厚さはサンプル1と共にダイサー5で切削してもかまわないが、ダイサー5の刃を傷めないようにサンプル1と同程度の厚さとした。

【0023】台座6をその傾斜角 $\theta 3 = (90^\circ - \theta 2)$ となるように研磨し、ワックス7でサンプル1を傾斜させ固定する。

【0024】次に、図2(B)、及び図3(C)に示すようにサンプル1に対して横手方向からダイサー5により切削する。

【0025】切れ幅(d)(図1(A)参照)は、1回切削の際はダイサー5の刃の厚さに対応するが、サンプル1をその長手方向にずらしながら複数回切削を繰り返すことにより切れ幅(d)を選択することができる。

【0026】次に、図3(D)に示すように、サンプル1の裏表を変え、幅(e)(図1(A)参照)が、後工程のFIB加工時間を短縮するために、できるだけ狭くなるように同様に切削する。

【0027】最後に、ワックス7を洗浄し、サンプル1

*【実施例】図面を参照して、本発明の実施例を以下に説明する。

【0014】

【実施例1】図1～図3は本発明の第1の実施例を説明する図である。図1(A)はFIB加工後の状態を示す図、図1(B)は切削角度を説明する図、図2(A)、図2(B)、図3(C)、図3(D)はダイサー加工中の状態をそれぞれ示している。

【0015】まず、ダイサー5で観察箇所2を含むようにサンプル1(例えばシリコンウェハ)を透過型電子顕微鏡の鏡体内に装着できる大きさ約0.2mm×2mm×0.5mm(ウェハの厚さ)に加工する。

【0016】次に、本実施例におけるサンプル1の切削角度について図1(B)を用いて説明する。

【0017】まず、角度 $\theta 1$ を次式(1)のように定義する。

【0018】

【0028】

【実施例2】次に、図4に本発明の第2の実施例の構成を示す。透過型電子顕微鏡の鏡体内に装着できる大きさに加工したサンプル中に、複数の観察箇所2、2'が存在する場合、前記第1の実施例と同様にサンプル1を傾斜させて切削すると、観察箇所が長手方向同一線上に存在しなくても、複数の観察箇所2、2'を薄膜化することができる。このため複数箇所が観察可能なサンプルが作製できる。

【0029】以上、本発明を上記各実施例に即して説明したが、本発明は上記態様に限定されるものでなく、本発明の原理に準ずる各種態様を含むことは勿論である。

【0030】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、TEM観察においてサンプルを装置内で傾斜させた際サンプルの凸型加工の角の部分によって電子線が遮ることがない。このため観察時のサンプルの傾斜角度に制限が少なく、またサンプルを取り扱う際、前記従来例と相違して上部が全体的に薄くないため壊れにくいという利点を有する。

【0031】さらに、本発明によれば、サンプルは長手方向同一線上にない複数の観察箇所を形成することが可能とされるため、所望の位置において複数箇所の観察が可能であるという効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1の実施例を説明するための図である。(A)はFIB加工後の状態を示す図である。

(B)は切削角度の説明図である。

【図2】(A)、(B)は本発明の第1の実施例を工程

5

6

順に説明するための図である。

【図3】(C)、(D)は本発明の第1の実施例を工程順に説明するための図である。

【図4】本発明の第2の実施例を説明するための図であり、FIB加工後の状態を示す図である。

【図5】従来例を示す図である。(A)、(B)はFIB加工後の状態を示す図である。(C)はダイサー加工中の状態を示す図である。

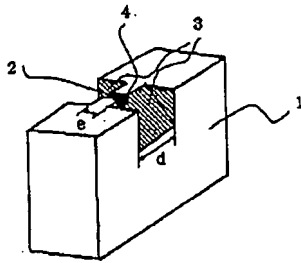
【符号の説明】

- 1 サンプル
- 2 観察箇所
- 3 ダイサー切削箇所
- 4 ダイサーの刃
- 5 ダイサー (の刃)
- 6 台座 (S i 基板)
- 7 ワックス

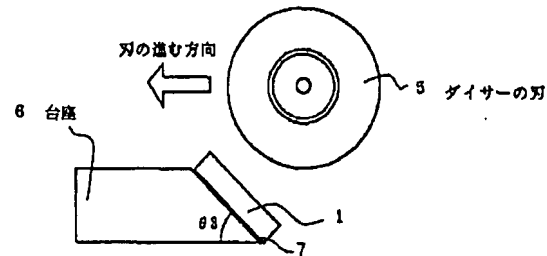
【図1】

【図2】

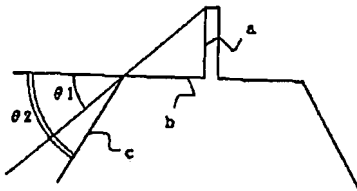
(A)



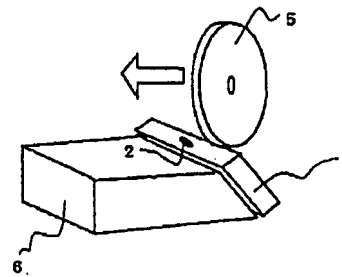
(A)



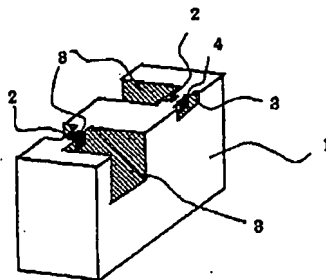
(B)



(B)

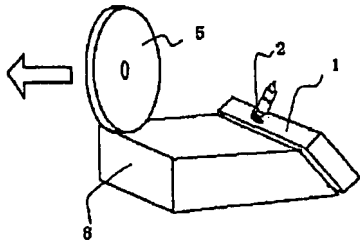


【図4】

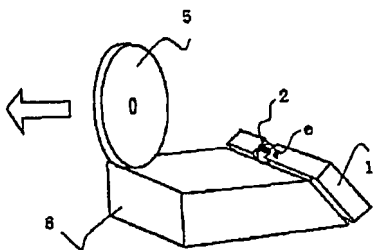


【図3】

(C)

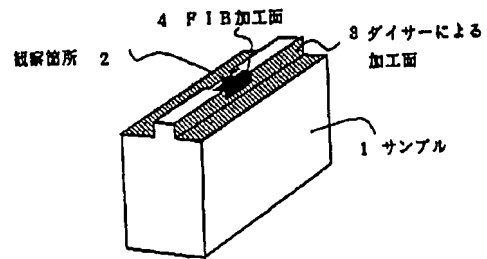


(D)

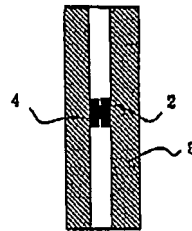


【図5】

(A)



(B)



(C)

